

**CRUCIBLE FOR MOLECULAR BEAM SOURCE**

Patent Number: JP60137896  
Publication date: 1985-07-22  
Inventor(s): KURODA TAKAROU; others: 02  
Applicant(s): HITACHI SEISAKUSHO KK  
Requested Patent: ☐ JP60137896  
Application Number: JP19830242008 19831223  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C30B23/02; C23C14/24  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PURPOSE:**To enable the supply of a source material to a substrate, reproducibly and stably with time, by placing a perforated partition plate between the source material in the crucible and the lid having plural perforations, in a manner to inhibit the direct seeing of the source material from the substrate through the perforations.

**CONSTITUTION:**The perforated plate 8 is placed between the crucible 1 containing the source material 4 and the lid 7 having a number of perforations in a manner to inhibit the direct seeing of the source material 4 from the substrate through the perforations. The temperature of the outlet-side small chamber is made slightly higher than that of the small chamber containing the source material 4. The molecules or atoms evaporated from the source material are passed through the perforation of the plate 8, reflected by the lid 7, collided several times to the wall in the outlet-side small chamber, and effected through the hole of the lid 7 toward the substrate. Accordingly, the problems such as the variation of the uniformity with time and the generation of defects can be solved.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報(A)

昭60-137896

⑫ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和60年(1985)7月22日

C 30 B 23/02  
C 23 C 14/24

6542-4G  
7537-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 分子線源用ルツボ

⑮ 特 願 昭58-242008

⑯ 出 願 昭58(1983)12月23日

⑰ 発 明 者 黒 田 崇 郎 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内  
⑰ 発 明 者 森 岡 誠 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内  
⑰ 発 明 者 三 島 友 義 国分寺市東恋ヶ窪1丁目280番地 株式会社日立製作所中央研究所内  
⑱ 出 願 人 株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地  
⑲ 代 理 人 弁理士 高橋 明夫 外1名

明 細 書

発明の名称 分子線源用ルツボ

特許請求の範囲

1. 分子線エビタキシ装置の分子線源に用いる一方向に開口したルツボにおいて、ソース物質よりも出口側にもうけた穴あきしきり板と、出口にもうけた複数個の穴のあいたフタを有し、上記しきり板の穴とフタの穴との位置を基板結晶からルツボ内のソース物質が直視されない位置に配置したことを特徴とする分子線源用ルツボ。
2. 特許請求の範囲第1項記載のルツボにおいて、ルツボの内径を途中で変化させ、その段差部分に穴あきしきり板をもうけた分子線源用ルツボ。
3. 特許請求の範囲第1項記載のルツボにおいて、ルツボの側壁のテーパをもたせ、その内壁の途中にひつかかるような直径のしきり板をもうけた分子線源用ルツボ。

発明の詳細な説明

(発明の利用分野)

本発明は、分子線エビタキシ装置、特に、結晶の構成元素を分子又は原子の形で蒸発させて基板に供給する分子線源のルツボの形状に関する。

(発明の背景)

分子線エビタキシ法は、GaAs系化合物半導体による高速トランジスタや半導体レーザの作成に応用され、成長層の膜厚、組成、不純物濃度の面内均一性及び制御性に優れていることが実証された。これらの特徴は、通常の真空蒸着の場合と同じく、結晶の構成元素を蒸発させて基板結晶に供給する分子線源の構造に大きく依存している。しかし乍ら、従来の典型的な分子線源は、第1図に示した様に比較的単純な形状のため、以下の様な欠点を有していた。第1図において、1はパイロリテックBN(PBN)製のルツボで、一方に開口した円筒形をしており側壁はゆるいテーパになっている。これは、PBNが、グラフアイトの型の上にCVDで堆積したのち型抜きして作られるため、ルツボの形状は型からはずせるものに限られる。なお、2はTa製加熱ヒータ

一線、3は温度制御用熱電材、4はソース材料、5はTa製輻射シールド(多層)を示している。分子線の飛び方を最適化するためにはルツボの形を変えるのが最も簡単であるが、上述の作製上の都合により、従来は図のような単純な形しか実用されていない。

このようなルツボを用いた場合、以下のような問題がある。

第1に、ルツボ内の蒸気圧 $P$ は、温度 $T$ での飽和蒸気圧 $P_s$ と異なるために、基板の単位面積に単位時間当たり入射する分子線の強度を簡単に予測できない。第2に、ルツボから出る分子線の指向性の再現性に以下のような問題がある。第2図(a)は、例えばpBNのルツボにGa等のソース材料4を入れた場合で、GaはpBNに濡れないために、図のような液面形状となり、そこから出た分子線の指向性分布は、ルツボ内壁での反射の影響のため図のような双峰的な複雑な分布9となる。この分布はルツボ傾きや、Gaのしこみ量にも依存する。また、第2図(b)は、ルツボ内のソ

ース材料が成長回数と共に減少してゆくと、初期の指向性10に比べて鋭い指向性に分子線の分布11が変化してゆくことを示したものである。図中6は初期液面、6'は後期液面を示している。指向性分布は成長層の均一性に直接影響し、それがこのようにルツボ内の物質質量や成長回数により変化することは大きな問題である。また、基板とソース材料が直接向かいあつてゐるため、突沸時に、ソースの微小滴が飛来して基板に付着し、欠陥をつくる原因にもなっている。

上記の問題に対する対応策の一つは、小さな穴の開いたpBNのフタをルツボの開口部に収付けることであるが、この場合穴径を小さくしすぎると、基板への分子線の供給量が減少してしまうため成長速度が大幅に低下してしまう。又、突沸等による欠陥はこの場合も避けられない。

#### 〔発明の目的〕

本発明の目的は、以上の問題点を解決した、再現性が良く、経時変化が少なく、欠陥を生じない分子線源用ルツボを提供することにある。

#### 〔発明の概要〕

以下、本発明を第3図に示した実施例に基づいて説明する。第3図のルツボは、ソース材料4を入れるルツボ本体1と、内壁の途中に設けた穴あき板8と出口のつばの上にのせた多数の穴にあいたフタ7の3つの部品から成立っている。同図(a)は断面図、(b)は上面図、(c)は側壁にテーパーをつけたルツボの場合を示す断面図である。第3図(a)では、本体のくびれの段の上に8がつており、第3図(b)では、テーパーの途中に板3がひつかかっている構造になつてゐる点だけが違つており、本質的には(a)(b)とも同じものである。途中の板8によつてルツボは2つの小室に分けられ、ソース4から蒸発した分子又は原子は、板8の穴が小さければほぼ温度 $T$ での飽和蒸気圧 $P_s(T)$ になつており、穴を出たあとフタ7に当つて反射し、出口側の小室内の壁面で何回か衝突したのち、フタ7の穴から基板に向かつて飛び出す。このとき、フタ7の温度がソースよりも低くと、フタ7に凝結付着してしまうので、ソース

のある小室よりも出口側の小室の方の温度をわずかに高くする。

この構造においては、板3とフタ2により、基板からソースが直接見えないようになつてゐるため、先に述べた突沸時の微小滴による欠陥発生の問題は避けられない。また、ソース側の小室内が飽和蒸気圧に近い一定値に保たれてゐるために、第2図(b)のようなソース量減少に伴う指向性の変化は生じない。さらに、出口側の小室内で分子線が十分反射を行なつてから出てくるために、第2図(a)に示したような、ソースの絶対量やルツボの傾き、材料とルツボとの濡れ性などは全く指向性に関係せず、第3図のフタ7の出口穴の径とフタの厚み及び穴の配置のみで指向性が決まる。実際には、穴径や穴数、位置等は、基板位置での分子線源の指向性が3インチφのウエハ全面にわたつて±5%以内で均一なこと、また、成長速度として $1\mu\text{m/h}$ 以上の速さで成長できることを基準にして実験及び数値計算で決めた。

第3図(a)の型の一例は、 $h_1 = 150\text{mm}$ 、

$h_1 = 100 \text{ mm}$ 、 $r_1 = 45 \text{ mm}$ 、 $r_2 = 20 \text{ mm}$ 、 $a_1 = 7 \text{ mm}$ 、 $a_2 = 5 \text{ mm}$ 、穴数は6個であつた。第3図(b)も基本的に同じである。

ここで、分子の指向性は各部の寸法比により決まるものであるから、全体を比例拡大、縮小しても変化しない。

#### 〔発明の効果〕

本発明のルツボを用いてGaAsを結晶成長した所、成長速度 $1 \mu\text{m/h}$ のとき、3インチウエハの面内において、厚み分布は $\pm 5\%$ 以下で、欠陥の密度は $1 \text{ cm}^2$ 当り50ヶ以下と、きわめて少なかった。一方、第1図の従来のルツボを用いて同様の成長を行なつた場合、成長速度 $1 \mu\text{m/h}$ のとき、3インチウエハの厚み分布は $\pm 10\%$ 以下で、欠陥密度は約10000ヶ/ $\text{cm}^2$ であつた。また、従来のルツボでは1回目の成長に比べて、25回目の成長では、面内分布が $\pm 10\%$ から $\pm 20\%$ まで悪くなつたのに対し、本発明のルツボではほとんど変化しなかつた。

以上のように、本発明の分子線源は、従来問題

になつていた均一性の経時変化や欠陥発生の問題を全て解決でき、実用上の改善効果は著しい。

以上の説明では、ルツボの材料はpBNに限って述べたが、一般的には、グラフアイトやアルミナ、あるいはTa、Mo、Wなどでも同様の効果があることはいうまでもない。また、第3図(a)において段の数を2つ以上に増やして、それぞれに孔あき板を設けても同様の効果が得られる。同(b)でも、同じく途中の穴あき板の数をふやしてもかまわない。この場合には、穴は1コでなく多数あけてもよい。

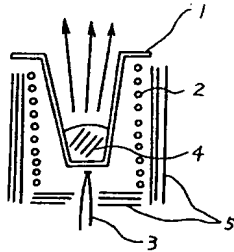
#### 図面の簡単な説明

第1図は従来の代表的分子線源の断面図、第2図は従来のルツボ形状を用いた際の問題点を説明する図、第3図は本発明の分子線源におけるpBNルツボの形状を示す図である。

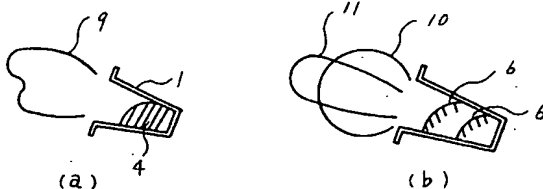
1…ルツボ本体、2…ヒータ、3…熱電対、4…ソース材、5…シールド、7…多孔ふた、8…内部ふた。

代理人 弁理士 高橋明夫

第1図



第2図



第3図

